

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-120437  
 (43)Date of publication of application : 21.04.1992

(51)Int.Cl. G01N 1/28  
 H01J 37/30

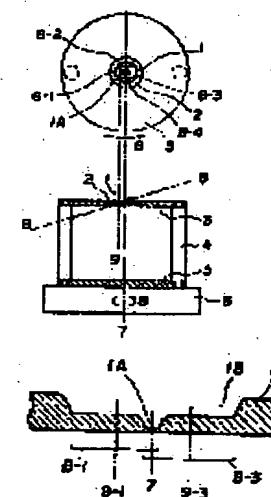
(21)Application number : 02-239865 (71)Applicant : HITACHI LTD  
 (22)Date of filing : 12.09.1990 (72)Inventor : KOIKE YOSHIHIKO  
 MISAWA YUTAKA

## (54) METHOD AND APPARATUS FOR SLICING SAMPLE

## (57)Abstract:

**PURPOSE:** To obtain a sample having a sufficiently limited part uniformly thinned by slightly shifting the position where ion beams pass the sample from the position where the center line of a rotary shaft of a sample holder passes the sample and ion-milling the sample.

**CONSTITUTION:** Disk-like upper plate 3 and lower plate 5 and a column 4 are assembled to obtain a sample holder. A through-hole and a circular recess are formed at the center of the upper plate 3, where a sample mesh 2 is held. A sample 1 to be thinned is installed in the mesh 2. The lower plate 5 is placed on a rotary stage 6. Ion beams B are cast to the sample 1 in a vacuum room, and the sample 1 is subjected to ion-milling while the rotary stage 6 is rotated. At this time, a perpendicular 9 set where the beams B pass the processing surface of the sample 1 is shifted a predetermined distance from the rotary center line 7 of the rotary stage 6. Therefore, the illuminating area of the beams B is continuously moved from B-1, B-2, B-3 to B-4. Accordingly, a part 1A of the sample 1 where the illuminating area is always overlapped can be processed deep, and a part 1B in the periphery of the part 1A is processed thin.



BEST AVAILABLE COPY

## LEGAL STATUS

- [Date of request for examination]
- [Date of sending the examiner's decision of rejection]
- [Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]
- [Date of final disposal for application]
- [Patent number]
- [Date of registration]
- [Number of appeal against examiner's decision]

## ⑯ 公開特許公報 (A)

平4-120437

⑯ Int. Cl.<sup>5</sup>G 01 N 1/28  
H 01 J 37/30

識別記号

府内整理番号

N 7708-2J  
A 9069-5E

⑯ 公開 平成4年(1992)4月21日

審査請求 未請求 請求項の数 7 (全9頁)

⑯ 発明の名称 試料薄片化方法及び装置

⑯ 特 願 平2-239865

⑯ 出 願 平2(1990)9月12日

⑯ 発明者 小池 義彦 茨城県日立市久慈町4026番地 株式会社日立製作所日立研究所内

⑯ 発明者 三沢 豊 茨城県日立市久慈町4026番地 株式会社日立製作所日立研究所内

⑯ 出願人 株式会社日立製作所 東京都千代田区神田駿河台4丁目6番地

⑯ 代理人 弁理士 武頭次郎 外1名

## 明細書

## 1. 発明の名称

試料薄片化方法及び装置

## 2. 特許請求の範囲

1. 試料の加工面に垂直な回転軸を有する試料ホルダを用い、この試料ホルダに取付けた上記試料の加工面に対して所定のビーム径の粒子線ビームを照射することにより上記試料を薄片化する試料薄片化方法において、上記試料の加工面での上記粒子線ビームの断面の中心線が通過する位置と上記回転軸の中心線が通過する位置とを相互にずらした状態で、上記試料ホルダを回転させながら上記試料を薄片化するように構成したことを特徴とする試料薄片化方法。

2. 試料の加工面に垂直な回転軸を有する試料ホルダを用い、この試料ホルダに取付けた上記試料の加工面に対して所定のビーム径の粒子線ビームを照射することにより上記試料を薄片化する試料薄片化方法において、上記試料の加工面での上記粒子線ビームの断面内強度分布の中心

線が通過する位置と上記回転軸の中心線が通過する位置とを相互にずらした状態で、この試料ホルダを回転させながら上記試料を薄片化するように構成したことを特徴とする試料薄片化方法。

3. 試料の加工面に垂直な回転軸により回転する試料ホルダと、所定のビーム径の粒子線ビームを発生する粒子線源とを備え、所定の区画された空間の中で、上記試料ホルダに保持した上記試料の加工面に対して粒子線ビームを照射することにより試料を薄片化加工する方式の試料薄片化装置において、上記試料の加工面での上記粒子線ビームの断面の中心線が通過する位置と上記回転軸の中心線が通過する位置とを相互にずらした状態で上記試料ホルダを回転させる試料ホルダ回転手段を設け、この試料ホルダ回転手段により上記試料ホルダを回転させながら上記試料を薄片化するように構成したことを特徴とする試料薄片化装置。

4. 試料の加工面に垂直な回転軸により回転する

試料ホルダと、所定のビーム径の粒子線ビームを発生する粒子線源とを備え、所定の区画された空間の中で、上記試料ホルダに保持した上記試料の加工面に対して粒子線ビームを照射することにより試料を薄片化加工する方式の試料薄片化装置において、上記試料の加工面での上記粒子線ビームの断面内強度分布の中心線が通過する位置と上記回転軸の中心線が通過する位置とを相互にずらした状態で上記試料ホルダを回転させる試料ホルダ回転手段を設け、この試料ホルダ回転手段により上記試料ホルダを回転させながら上記試料を薄片化するように構成したことを特徴とする試料薄片化装置。

5. 請求項2又は3の発明において、上記試料ホルダが磁気的結合手段により上記試料ホルダ回転手段に対して着脱可能に構成されていることを特徴とする試料薄片化装置。

6. 請求項5の発明において、上記試料ホルダ回転手段に対する上記試料ホルダの保持位置が、ねじ微動手段により調整可能に構成されている

の透過型電子顕微鏡が使用されるが、このときには、試料として、電子線を通過させるのに必要な、数100Å程度の極めて薄い部分を有するものが必要される。

このような試料の薄片化についての従来例としては、古くは化学的にエッティングする化学研磨法や、電気化学的にエッティングする電界研磨法などの方法が使用されていたが、これらの方法では、それぞれの試料ごとに、それに適したエッティング液の選定や電界研磨条件の選定などが必要で、試料の均一な薄片化には多くの問題があった。

そこで、近年、イオンビームなどの粒子線ビームの照射による物理的な研磨方法であるイオンミリング技法が、このような試料の薄片化に使用されるようになってきた。

そして、このイオンミリング技法によれば、試料を構成する各元素に対応してスパッタ速度を規定しておくことで、試料が薄片化されるまでの時間が容易に予測でき、確実な薄片化を容易に得ることができるので、最近、種々の提案がなされる

ことを特徴とする試料薄片化装置。

7. 請求項2又は3の発明において、上記所定の区画された空間を透過型電子顕微鏡の試料室にゲートバルブを介して隣接した試料薄片化室で形成すると共に、上記試料ホルダをこれら試料室と試料薄片化室の間で移動させる手段を設け、上記試料ホルダを透過型電子顕微鏡の試料ホルダと共に用するように構成したことを特徴とする試料薄片化装置。

### 3. 発明の詳細な説明

#### 【産業上の利用分野】

本発明は、半導体素子などの試料の一部を薄片化する方法及び装置に係り、特に透過型電子顕微鏡による観察のための試料の薄片化に好適な試料薄片化方法及び装置に関する。

#### 【従来の技術】

近年、半導体素子の研究、開発に電子顕微鏡が使用される場合が多い。

ところで、このような場合には、通常、加速電圧が200～300kV程度の、いわゆる汎用型

ようになり、例えば、

“ウルトラマイクロスコピ

(Ultramicroscopy)24(1988)”, pp27-35

では、断面の直径が1μm程度にまで収束させたイオンビームを用い、このビームで薄片化すべき領域を走査することにより薄片化を行なうと共に、このイオンビームの走査により励起された2次イオン、又は2次電子による像を観察できるようにし、加工状態を見ながら薄片化が行なえるようにした技術について開示しており、また、特開平1-107445号公報では、所定の真空室内に設置した試料の相対向する2面に対して、10～20度程度の入射角で両面からイオンビームを照射して加工を行なうとき、試料を、その加工面に垂直な軸を中心にして回転させるようにしたイオンミリング技法において、さらにイオンビームの入射角を試料の一方の面と他方の面とで異なせることにより、さらに薄片化の均一化が図れるようにした技術について開示しており、さらに特開昭61-104550号公報には、この薄片化加工

### 特開平4-120437 (3)

を透過型電子顕微鏡の試料室内で行なうようにし、これにより、薄片化の最中、必要に応じて電子顕微鏡で試料を観察しながら加工が行なえ、薄片化した試料を一旦空気に曝すことなく、そのまま、薄片化後の観察が行なえるようにした技術について開示している。

#### 【発明が解決しようとする課題】

上記従来技術は、試料の必要な部分だけを容易に薄片化する点について配慮がされておらず、複雑な装置を必要としたり、薄片化を必要としない部分をも薄片化して試料の強度を低下させ、観察を不可能にしてしまうなどの問題があった。

例えば、上記“ウルトラマイクロスコピィ”  
(Ultramicroscopy)24(1988)”

に記載の従来技術では、複雑なイオンビーム収束手段や走査手段を必要とし、大きなコストアップを伴うことになり、他方、上記特開平1-107445号公報の従来技術では、イオンビームが収束されていないため、透過型電子顕微鏡の試料メッシュ(内径0.5~1.0mm)上の試料を薄片化す

る場合には試料全体にイオンビームが照射されてしまうことになり、必要な部分だけでなく、試料の全体が薄片化されてしまい、強度の無い破損しやすい試料しか得られない。

また、上記特開昭61-104550号公報の従来技術でも同様に、強度の無い破損しやすい試料しか得られない上、この技術では、加工中の試料の観察が可能であるとはいうものの、そのためには、予め試料の観察すべき部分については、電子線の通過が可能な程度の薄さ(厚くともせいぜい1000Å)に加工しておかなければならず、さらに電子顕微鏡の試料室内がイオンミリングによるスパッタの付着により汚れ、性能低下を伴うという問題がある。

本発明の目的は、イオンビームを収束させたり、走査させたりすることなく、試料の充分に限定された部分を容易に、しかも均一に薄片化できるようにした試料薄片化方法及び装置を提供することにある。

また、本発明の他の目的は、更に、電子顕微鏡

の性能低下を伴うこと無く、且つ薄片化した試料を空気に曝すことなく、そのまま電子顕微鏡で観察できるようにした試料薄片化方法及び装置を提供することにある。

#### 【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するため、本発明の1によれば、試料の加工面での粒子線ビームの断面の中心線が通過する位置、もしくは該粒子線ビームの断面内強度分布の中心線が通過する位置と上記試料を保持した試料ホルダの回転軸の中心線が通過する位置とを相互にずらした状態で、上記試料ホルダを回転させながら上記試料を薄片化するようにしたものであり、本発明の2によれば、試料を薄片化するための区画された空間を、透過型電子顕微鏡の試料室にゲートバルブを介して接続した試料薄片化室で形成すると共に、上記試料ホルダをこれら試料室と試料薄片化室の間で移動させる手段を設けることにより、試料を薄片化加工しているとき、及び薄片化を完了したとき、そのまま試料を透過型電子顕微鏡の試料室に移すことが出来、且つ、薄片化加工中は透過型電子顕微鏡の試料室の外にあるから、この試料室内が汚染される虞れは生じない。

#### 【作用】

試料の加工面での粒子線ビームの断面の中心線

が通過する位置、もしくは該粒子線ビームの断面内強度分布の中心線が通過する位置と上記試料を保持した試料ホルダの回転軸の中心線が通過する位置とを相互にずらした状態で、上記試料ホルダを回転させながら粒子線を照射すると、この粒子線のビーム径よりもはるかに小さな範囲だけを重点的に薄片化することができ、ビームを収束させる必要を無くすることができる。

また、試料を薄片化するための区画された空間を、透過型電子顕微鏡の試料室にゲートバルブを介して接続した試料薄片化室で形成すると共に、上記試料ホルダをこれら試料室と試料薄片化室の間で移動させる手段を設けることにより、試料を薄片化加工しているとき、及び薄片化を完了したとき、そのまま試料を透過型電子顕微鏡の試料室に移すことが出来、且つ、薄片化加工中は透過型電子顕微鏡の試料室の外にあるから、この試料室内が汚染される虞れは生じない。

#### 【実施例】

以下、本発明による試料薄片化方法及び装置に

ついて、図示の実施例により詳細に説明する。

第1図は本発明の一実施例で、図の(a)は上面図、(b)は側断面図であり、これらの図において、1は薄片化すべき試料、2は透過型電子顕微鏡用のリング状をした試料メッシュ、3は試料ホルダの上板、4は試料ホルダの柱、5は試料ホルダの下板、6は回転台である。

試料ホルダは、円板状をした上板3と下板5を柱4で立体的に組立てたもので、上板3の中心には試料メッシュ2の孔とほぼ同径の貫通孔と、この貫通孔を中心とした浅い円形のくぼみが形成してあり、ここに試料メッシュ2を落し込んで保持するように構成されている。なお、柱4は、図では2本しか描かれていないが、実際には少なくとも3本、必要である。そして、この試料ホルダの上板3のくぼみに保持された試料メッシュ2に、薄片化すべき試料1を取付けるのである。

回転台6は、図示していない回転機構を備え、回転軸中心線7により、矢印8で示すように、水平に回転できるように構成されており、その上

そこで、このときの試料1の加工面でのイオンビームBの照射範囲は、第1図(a)のB-1で示すようになっている。

しかしながら、このとき、回転台6は矢印8で示すように回転しており、従って、試料1も回転しているため、この試料1の面では、イオンビームBの照射範囲は、試料1の矢印8方向への回転に伴って、第1図(a)のB-1から順次、B-2、B-3、B-4、そして再びB-1へという具合に連続的に移動し、垂線9は回転軸中心線7の周りに円を描いて移動する。

この実施例でイオンビームBの発生源として使用している、ビームを絞らないタイプのイオン源から得られるイオンビームの径は、加速電圧や試料への入射角、それにイオン源と試料との間の距離などによっても異なるが、例えば、加速電圧5kV、入射角11.5度、距離4.0mmのとき、試料のビーム照射中央部に直径約0.5mmの平滑な加工部分が得られる。

第2図は、このときの、半導体用のシリコンを

面に試料ホルダの下板5を載置し、試料1を回転させるために使用される。

このとき、試料ホルダの下板5の少なくとも一部を永久磁石とし、これに対応して回転台6を磁性体で作り、これにより磁石の吸引力を利用して試料ホルダを回転台6に所定の力で保持されるようとしてある。

こうして、この第1図のようにして組立られた構成体は、イオンミリング用の真空室内に移され、図示していない所定のイオンビーム源から、所定のビーム径と所定の強度のイオンビームB、B'を、所定の入射角で試料1に照射し、回転台6を回転させながらイオンミリング加工により薄片化を行なう。

このときのイオンビームB、B'の断面の中心を通る線、つまり断面の中心線が試料1の加工面を通過する位置を通る垂線を9で表わすと、この垂線9は、回転台6の回転軸中心線7から所定の距離だけずれた位置に来るよう、イオンビーム源と回転台6の位置関係を設定しておく。

試料1としてイオンミリング加工したときの加工時間と加工深さの関係を示したもので、両者はほぼ比例関係にあることが判る。なお、加工条件は図中に示してある通りである。

そこで、第1図に戻り、(a)図に示されているイオンビームBの照射範囲B-1、B-2、B-3、B-4についてみると、これらは回転軸中心線7を中心とする所定の比較的小さな範囲で常に重疊しており、その他の部分では、試料1の回転に伴って順次、ずれており、この結果、この重疊している部分では、イオンビームの照射時間が最大になるが、その他の重疊していない部分では、イオンビームの照射時間は上記した最大の値よりもかなり小さくなっている。

そこで、上記したように、回転台6を回転させながら試料1の加工を所定時間継続させた後の試料1の加工状態を見ると、第3図に示すように、回転軸中心線7を中心としたイオンビームBの照射範囲B-1、B-2、B-3、B-4の重疊部分1Aで深い加工部分を持ち、その周辺の、重疊

部分以外での照射範囲 1 B では浅い加工状態となつてている試料 1 が得られていることが判る。なお、この第 3 図で、9-1 は照射範囲 B-1 のときのイオンビーム B の断面中心線を、そして 9-3 は照射範囲 B-3 のときのイオンビーム B の断面中心線が試料 1 の加工面を通過する位置を通る垂線をそれぞれ表わしている。

従って、この実施例によれば、試料 1 の電子顕微鏡で観察したい部分、つまり薄片化したい部分が回転軸中心線 7 と一致するように、試料ホルダの下板 5 を回転台 6 に位置決めしてやるだけで、収束させたイオンビームを用いること無く、薄片化が重畳部分 1 A にだけに充分に限定されている試料 1 を容易に作成することができる。

このとき、試料 1 の電子顕微鏡で観察したい部分、つまり薄片化したい部分を回転軸中心線 7 に一致させた状態で試料ホルダの下板 5 を回転台 6 に位置決めするためには、この第 1 図には示していないが、回転軸中心線 7 に沿って、図の上方に、所定の倍率を有する光学顕微鏡を設け、その視野

定の部分だけの薄片化を得ることができ、電子顕微鏡による観察を簡単に行なうことができる。

なお、この第 4 図の実施例のように、薄膜試料の断面を薄片化する場合には、上側からのイオンビーム B の照射に加えて、下側からもイオンビーム B' を照射し、試料の両面から薄片化するようにしてもよいが、このときは、上側のイオンビーム B の照射位置と、下側のイオンビーム B' の照射位置とは、予め正確に一致させておく必要があることはいうまでもない。

第 5 図は回転台 6 上での試料ホルダの位置合わせ機構の一実施例で、2 個の 90 度離れて配置したマイクロメータ(ねじ微動装置) 14 a, 14 b と、これらに対応したばね機構 15 a, 15 b を用いたもので、上記した光学顕微鏡により試料 1 を見ながらマイクロメータ 14 a, 14 b により X 方向と Y 方向の位置を微調整して位置決めするのである。なお、このときの微動範囲は、普通の透過型電子顕微鏡用の試料メッシュの内径が 2 mm 程度なので、この範囲と同じにすれば充分であ

内にある視導用のマーク(十字線などのレチクル)を試料 1 の必要な部分に一致するようにしてやればよい。

ところで、試料 1 として、薄膜の断面を薄片化したものが要求されることがあるが、このような試料を対象とした実施例について、第 4 図により説明する。

この第 4 図において、1 H が薄片化すべき薄膜試料で、基板 1' 上に形成されているものであり、薄片化を容易にするため、基板 1' と同じ材質の対面基板(ダミー基板) 1 2 を用意し、これを、例えばエポキシ系の接着剤などにより貼り付け、薄膜試料 1 H を挟みこんだ状態にして試料メッシュ 2 に、その孔を補渡しするようにして保持する。従って、試料メッシュ 2 の孔には空洞部分 1 3 が残った状態になる。

従って、この場合も、薄膜試料 1 H の、断面を観察したい部分が回転軸中心線 7 に一致するようにして、試料ホルダの下板 5 を回転台 6 の上に位置決めしてやるだけで、容易に薄膜試料 1 H の所

る。

次に、第 6 図は、本発明を透過型電子顕微鏡に一体化した場合の一実施例で、この実施例における電子顕微鏡は、電子錠 100、照射レンズ系 200、試料室 300、結像レンズ系 400、観察室 500、それにカメラ室 600 からなるが、これに本発明による試料薄片化室 700 が一体に取付られている。そして、この試料薄片化室 700 には、イオンビーム源となるイオン錠 800 と、試料導入部 900 とが設けられている。

第 7 図は試料薄片化室 700 の詳細を示したものので、1 6 は位置決め部材、1 7 は電子顕微鏡の試料ホルダ、2 6 はイオンミリング用真空室、2 7 はストッパ、2 8 は試料ホルダガイド、2 9 は真空シール部、3 0 はゲートバルブ、3 1 は電子顕微鏡の本体、3 2 は励磁コイル、3 3 は対物レンズ、3 4 は対物レンズの磁極片、そして 3 5 は電子顕微鏡の光軸である。

試料ホルダ 1 7 は、その試料ステージ部として後述する第 8 図、或いは第 9 図に示すような構成

## 特開平4-120437 (6)

を有するもので、試料ホルダガイド28に沿って移動し得るように作られ、外部から真空シール部29を通ってイオンミリング用真空室26内に導入された上で、ストッパ27によりイオンビーム照射位置に正確に位置決めされるようになっている。

そして、所定の薄片化処理を終わったらゲートバルブ30を開き、イオンミリング用真空室26内からゲートバルブ30を通って電子顕微鏡の試料室300に移動され、位置決め部材16に突き当たることにより、薄片化された試料1は観察位置に正確に位置決めされる。

電子顕微鏡により観察した結果、薄片化が充分出なかつたときには、イオンミリング用真空室26内に戻すことにより、的確な薄片化を容易に得ることができる。

従つて、この実施例によれば、試料1を試料ホルダ17に保持させ、ひとたびイオンミリング用真空室26内に導入した後は、薄片化から電子顕微鏡による観察に移行するまで、試料1を外部に

取り出す必要が一切ないから、薄片化された試料が空気に曝される虞れがなく、酸化されたりして新鮮な状態を失つてしまつた試料を観察しなければならないなどのことがなく、試料の材質を問わず、常に新鮮な表面状態にある試料を容易に観察することができる。

また、このとき、薄片化加工中は、ゲートバルブ30を閉じておくので、電子顕微鏡の試料室300内がイオンミリング加工による汚染を生じる虞れは全く無く、電子顕微鏡の性能を低下させてしまうこともない。

第8図は試料ホルダ17の一実施例で、図において、18はワイヤ、19は試料ステージ、20はCリング、21はサファイア球、22はマイクロメータである。

試料ステージ19は中心に孔を有する円板状につくられ、試料ホルダ17に形成してある円形のくぼみの中に収容され、複数個のサファイア球21により、回転軸中心線7により矢印8で示すように回転可能に保持されている。そして、その表

面に形成してあるくぼみ内に試料1を落し込み、Cリング20により固定して保持するようになっている。

ワイヤ18は、試料ステージ19の周囲に巻きつけられ、その両端は、図示されていないが、試料ホルダ17の内部を通つて外部に引き出されており、従つて、このワイヤ18をベルトとして試料ステージ19を回転させることができ、上記したようにして試料1の所定の部分をイオンミリングにより薄片化することができる。

このときのイオンビームB、B'の中心位置と回転軸中心線との関係の調整は、試料ホルダ17の、イオンミリング用真空室26の外部に残っている部分でX方向に動かし、そしてマイクロメータ22でY方向に動かすことにより行なうのである。

第9図は試料ホルダ17の他の一実施例で、この図において、23は試料ステージ19の回転軸、24はワイヤ、25はX方向調整用のマイクロメータである。

この実施例は、試料ホルダ17の回転により、薄片化を行なうようにしたもので、試料ステージ19にCリング20によって試料1をセットした後、試料ホルダ17はイオンミリング用真空室26内に導入され、ワイヤ24の引出によって、回転軸23を中心にして90度回動され、図示の状態にされる。その後、図示していない回転機構により、回転軸中心線7を中心にして試料ホルダ17を回転させながらイオンビームB、B'を照射し、上記したようにしてイオンビームの重量部分による薄片化を行なうのである。

このときのイオンビームの中心線と回転軸中心線との位置ずれ量の微調整は、マイクロメータ22、25により行なうのであるが、ここでマイクロメータ25によりX方向の調整を行なうと、試料1の角度も変化してしまう。すなわち、いま、試料ホルダ17のマイクロメータ25による調整点と、回転軸23との間の長さをしとし、X方向に微小長さ△x変化させたとすると、イオンビームB、B'に対する試料1の角度θは、

$$\pm \Delta \theta = \tan(\Delta x / L)$$

だけずれることになる。

従って、このずれを、ワイヤ24により回転軸23を中心にして、試料ステージ19を角度 $\Delta\theta$ だけ反対方向に動かして補正してやればよい。

試料ホルダ17を電子顕微鏡の試料室300内に移したり、外部に取り出すときには、角度 $\theta$ をゼロにしてから実行すればよい。

ところで、以上の実施例では、試料の加工面でのイオンビームの断面の中心線が通過する位置と試料ホルダの回転軸の中心線が通過する位置とを相互にずらした状態で、上記試料ホルダを回転されるようにしているが、これに代えて、試料の加工面でのイオンビームの断面内強度分布の中心線が通過する位置と試料ホルダの回転軸の中心線が通過する位置とを相互にずらした状態で、上記試料ホルダを回転させるようにしてもよい。

また、以上の実施例では、イオンビームとして、第2図に示したように、アルゴンイオン( $Ar^+$ )ビームを用い、試料1としてシリコンの場合につい

とができる。

#### 【発明の効果】

本発明によれば、収束させた粒子線ビームを用いることなく、イオンミリング法により、試料の必要な部分だけを、粒子線ビームの太さよりも充分に極限された状態で薄片化することができるから、半導体装置のように、微細なパターンが形成された試料の例えば欠陥部などを、透過型電子顕微鏡の試料として容易に観測し得るようにすることができる。

また、本発明によれば、薄膜断面を試料として薄片化したい場合、試料メッシュに構を渡したようになっている試料に対しても、必要な薄膜部分に充分に限定した範囲だけを確実に薄片化でき、試料の余分な部分まで薄片化してしまうことによる強度低下を抑え、取扱いが容易な試料を簡単に得ることができる。

さらに、本発明によれば、薄片化処理と電子顕微鏡による観察処理とを、その間での移行に際して、試料を空気に曝すことなく、順次、連続的に

て説明したが、本発明はこれに限定されることなく実施可能なことはいうまでもない。

ところで、以上は、本発明を透過型電子顕微鏡用の試料の薄片化に関する実施例について説明したが、本発明は、一般的に試料を限定することなく、とにかく試料の薄片化が必要な場合、或いは試料の一部を除去したりする場合に適用して良いことはいうまでもなく、例えば、基板上に堆された薄膜の特定部の透過率を測定したい場合には、本発明により基板の所定部分を除去し、薄膜だけを残すようにしたり、積層構造でパターン形成された試料の特定部分の何層かの薄膜だけを本発明により除去し、1次側のビームを絞った赤外分光法や、ホトルミネッセンス法などによって結合状態を測定する場合にも適用可能である。

また、本発明は、シニギング条件を、例えば加速電圧を3kVにすることで、試料に対するダメージを小さくし薄片化すればパターン形成された試料の特定部での特定深さの場所を透過型や走査型の電子顕微鏡で直接観察する場合にも適用するこ

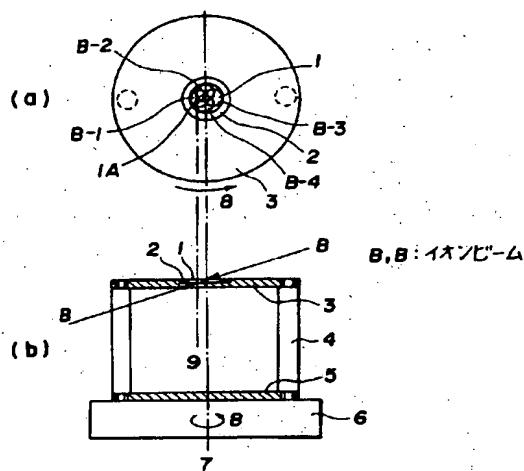
行なうことができ、常に新鮮な試料面状態のもとの観察を容易に得ることができる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明による試料薄片化方法及び装置の一実施例を示す説明図、第2図はイオンミリングによる加工時間と加工深さの関係の一例を示す特性図、第3図は本発明により薄片化した試料の一例を示す断面図、第4図は本発明の他の一実施例を示す説明図、第5図は本発明における位置決め機構の一実施例を示す説明図、第6図は透過型電子顕微鏡に本発明を適用した場合の一実施例を示す断面図、第7図は第6図の実施例の一部拡大図、第8図及び第9図はそれぞれ試料ホルダの一実施例を示す説明図である。

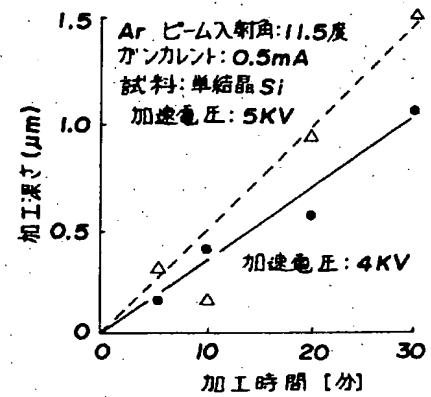
1……試料、2……試料メッシュ、3……試料ホルダの上板、4……試料ホルダの柱、5……試料ホルダの下板、6……回転台、7……回転軸中心線、8……回転方向を示す矢印、9……イオンビームの断面の中心線が試料1の加工面を通過する位置を通る垂線、B、B'……イオンビーム。

第 1 図

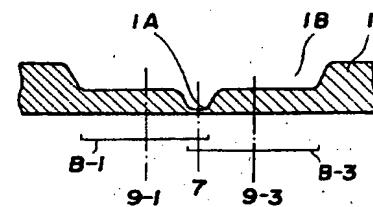


1: 試料  
2: 試料メッシュ  
3: 試料ホルダの上板  
4: 試料ホルダの柱  
5: 試料ホルダの下板  
6: 回転台  
7: 回転軸中心線  
9: イオンビームの断面中心線が試料加工面に位置する点を通る直線

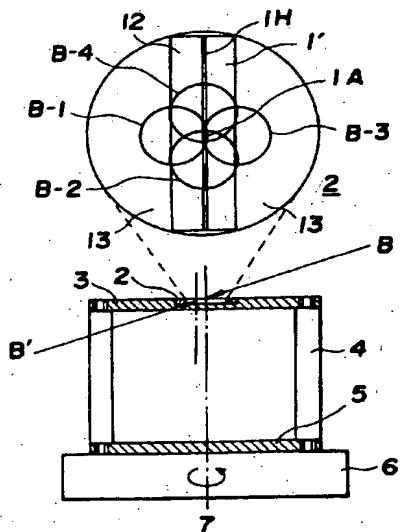
第 2 図



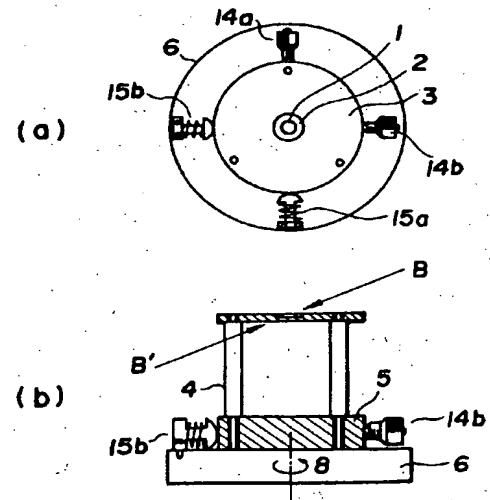
第 3 図



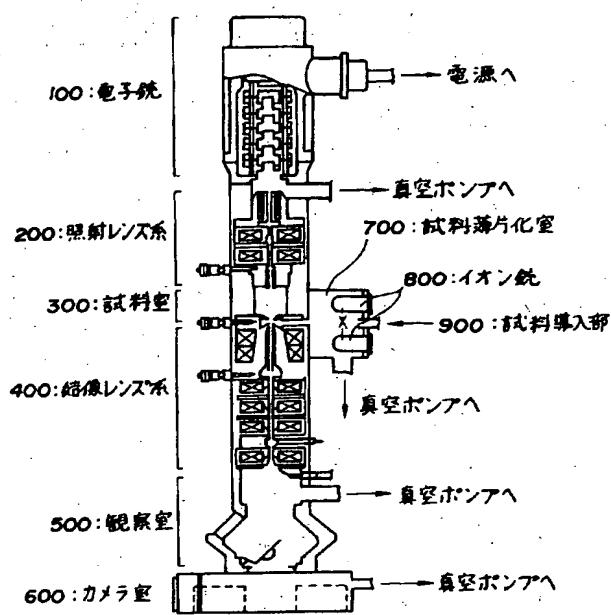
第 4 図



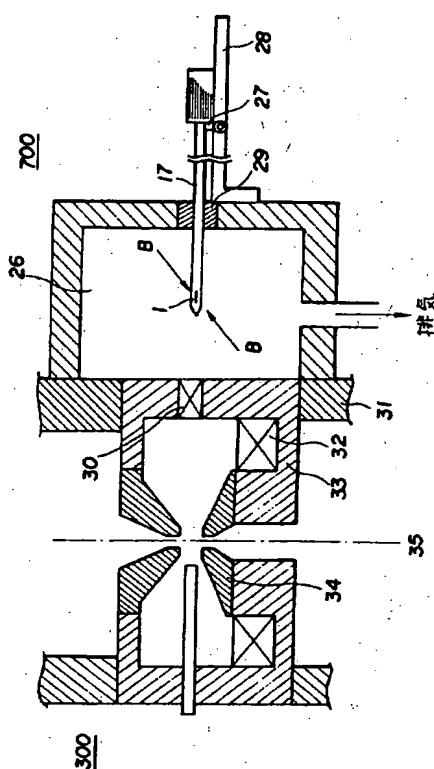
第 5 図



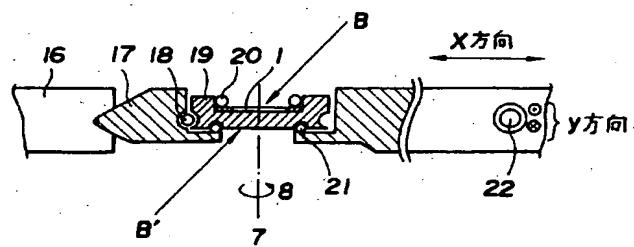
第6図



第7図



第8図



第9図

